

ANÁLISIS DE PUREZA QUÍMICA

Ventaja tecnológica: Sistema Agilent GC 9000 Intuvo con FID



Introducción

Los hidrocarburos aromáticos monocíclicos son importantes productos químicos usados en la fabricación de polímeros. El Comité D16 de la ASTM designa las especificaciones de pureza de muchos de estos productos químicos. El método D7405 de la ASTM da soporte a estas especificaciones mediante el uso de la cromatografía de gases para medir la pureza química global y el contenido de las principales impurezas. Estos análisis son realizados con frecuencia por técnicos de fabricación que no son químicos analíticos formados. Con el fin de simplificar la técnica sin perder precisión, el método D7504 elimina la preparación de muestras y la calibración del instrumento mediante el uso de las respuestas de número de carbono efectivo (Effective Carbon Number, ECN). Para que esta técnica resulte eficaz, es necesario detectar en un único análisis los componentes de la muestra comprendidos entre 10^{-4} y el 99,5 % en peso.

El sistema Agilent GC 9000 Intuvo se ha diseñado para realizar análisis de pureza química de rutina de forma rápida y sencilla

- Gracias al diseño de columna de conexión rápida, no es necesario ser un experto en la instalación de columnas.
- Un detector de ionización de llama de rango automático puede medir cuantitativamente la respuesta de picos en un gran rango de concentración sin sobrecarga.
- El espacio reducido que ocupa y el escaso consumo de recursos lo hacen ideal para laboratorios de producción.
- Interfase sencilla e intuitiva mediante pantalla táctil.

Para obtener más información, visite:

www.agilent.com/chem/intuvo



Agilent Technologies

Metodología

Condiciones del instrumento de GC

| Parámetro | Valor |
|-----------------------------------|--|
| Inyector | Relación de split 100:1, 270 °C |
| Volumen de inyección | 0,5 µl |
| Columna | Agilent HP-Innowax, 60 m × 0,32 mm, 0,5 µm (ref. 19091N-216-INT) |
| Flujo de columna constante | 2,1 ml/min de helio |
| Temperatura de la columna | 60 °C durante 10 minutos 5 °C/min hasta 150 °C, mantener 10 minutos |
| Detector | Ionización de llama, 300 °C |

Resultados y comentarios

En la Figura 1 se muestran 10 inyecciones consecutivas de una muestra de mezcla de xilenos. En una sola inyección, el detector de ionización de llama (FID) del sistema Agilent GC 9000 Intuvo es capaz de cuantificar los picos de los cuatro grandes compuestos aromáticos C8 junto con las impurezas de menor concentración. En la Tabla 1 se muestran los resultados cuantitativos. Para todos los compuestos de esta muestra se consiguió precisión de laboratorio.

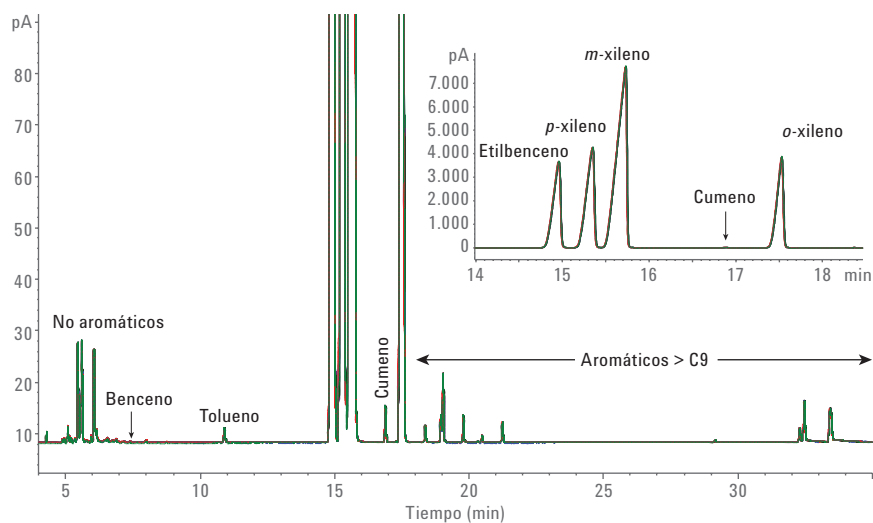


Figura 1. Diez análisis superpuestos de una mezcla de xilenos. El detector de ionización de llama de rango automático detecta de manera cuantitativa los picos pequeños y grandes en un único análisis.

Tabla 1. Resultados para 10 análisis de una mezcla de xilenos con el método D7504.

| Análisis | No aromáticos, % peso | Tolueno, % peso | Etilbenceno, % peso | p-xileno, % peso | m-xileno, % peso | Cumeno, % peso | o-xileno, % peso | Aromáticos > C9, % peso |
|-----------|-----------------------|-----------------|---------------------|------------------|------------------|----------------|------------------|-------------------------|
| 1 | 0,1982 | 0,0101 | 16,84 | 21,05 | 46,43 | 0,0221 | 15,29 | 0,1667 |
| 2 | 0,1991 | 0,0100 | 16,83 | 21,05 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1662 |
| 3 | 0,1986 | 0,0100 | 16,84 | 21,05 | 46,43 | 0,0218 | 15,29 | 0,1646 |
| 4 | 0,1994 | 0,0100 | 16,83 | 21,05 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1595 |
| 5 | 0,1984 | 0,0100 | 16,83 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1623 |
| 6 | 0,1993 | 0,0101 | 16,84 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,31 | 0,1651 |
| 7 | 0,2008 | 0,0100 | 16,83 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1632 |
| 8 | 0,1998 | 0,0101 | 16,84 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1566 |
| 9 | 0,2005 | 0,0100 | 16,83 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1624 |
| 10 | 0,2005 | 0,0100 | 16,83 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,31 | 0,1633 |
| Media | 0,1995 | 0,0100 | 16,83 | 21,04 | 46,43 | 0,0219 | 15,30 | 0,1630 |
| Des. est. | 0,00092 | 0,00005 | 0,004 | 0,004 | 0,003 | 0,00007 | 0,006 | 0,00307 |
| DE ASTM | 0,00700 | 0,01400 | 0,007 | 0,029 | 0,021 | 0,00003 | 0,010 | 0,00100 |

También se analizó una muestra de tolueno de alta pureza para demostrar el gran rango de respuesta automatizado del detector FID del sistema 9000 Intuvo (Figura 2). Debe observarse que el detector es capaz de responder a picos desde 0,16 pA hasta 13.500 pA. Esto representa una diferencia de concentraciones de 18 ppm hasta 99,97 % en peso.

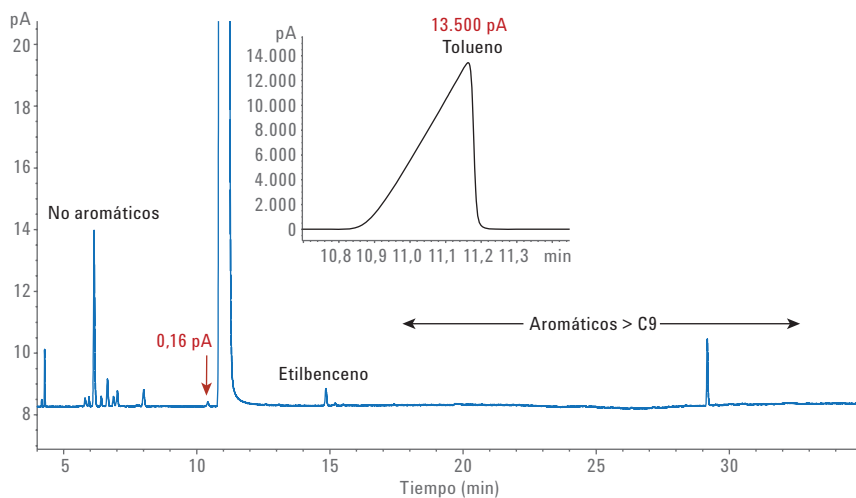


Figura 2. Análisis con el método D7504 de tolueno purificado. Se midieron tanto componentes muy grandes (99,97 %) como muy pequeños (18 ppm) en un único análisis.

Conclusión

La industria química ha reconocido la necesidad de contar con métodos sencillos y fáciles de usar para el análisis de rutina mediante GC de los compuestos aromáticos monocíclicos. Un significativo desarrollo para lograr este objetivo ha sido el desarrollo del método D7504 de la ASTM, que usa la respuesta de ECN para eliminar la necesidad de la preparación y calibración de muestras por parte de expertos. Con el fin de facilitar los métodos de GC, el sistema Agilent GC 9000 Intuvo incorpora la tecnología de instalación de columnas de conexión rápida para que los operadores, independientemente de su nivel de experiencia, puedan cambiar las columnas de GC de manera rápida y sencilla. Además, el detector FID de rango automático permite que la implementación de métodos de respuesta de ECN se realice de manera sencilla y eficaz, proporcionando una elevada precisión en los resultados de los análisis.

Referencia

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org

www.agilent.com

La información, las descripciones y las especificaciones de este documento están sujetas a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
Publicado en EE.UU., 1 de agosto de 2016
5991-7220ES



Agilent Technologies